

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДИКИ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА ФТОРЦИРКОНАТА КАЛИЯ

Голик Е.С., Лисиенко Д.Г., Домбровская М.А.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Фторцирконат калия (ФЦК) является продуктом переработки циркона при взаимодействии с бифторидом или фторсиликатом калия. ФЦК используют как исходное соединение в технологии очистки циркония. Поэтому одним из основных требований к качеству соли является возможно меньшее содержание примесных компонентов, обуславливающее степень чистоты металлического циркония.

Контроль состава ФЦК в основном выполняют физическими методами анализа – рентгено-флуоресцентным и атомно-эмиссионным, требующими для градуировки средств измерений применения стандартных образцов состава (СО) фторцирконата. Для синтеза материалов СО необходимо использовать фторцирконат калия высокой чистоты с обязательным установлением в нем концентрации аттестуемых элементов. В связи с достаточной растворимостью ФЦК анализ соли может быть выполнен методами с применением индуктивно связанной плазмы в эмиссионном и масс-спектрометрическом вариантах. Однако в обоих методах возникают сложности с определением кремния совместно с другими элементами и низких концентраций железа (не более $10^{-4}\%$ в соли). Работа посвящена изучению и выбору оптимальных условий определения Al, Fe, Sn, Si и Ti во фторцирконате калия методом фракционной дистилляции с дуговым возбуждением спектра. В качестве базовой использована спектральная методика анализа ФЦК, разработанная на ОАО «ЧМЗ» и аттестованная в качестве отраслевой инструкции (ОИ). Измерения выполнены на спектрометре PGS-2, оснащённом многоканальным анализатором атомно-эмиссионных спектров (МАЭС) и дуговым генератором Везувий.

В связи с высоким содержанием калия в исходном фторцирконате в ОИ предложено в качестве спектроскопического буфера использовать порошковый графит, вводимый в пробы для анализа в соотношении 1:1. В ходе линейных экспериментов на модельной пробе изучены основные условия методики: глубина кратера электрода, в который помещают анализируемую пробу; масса пробы и ее положение в кратере; соотношение ФЦК с графитом. Все исследования выполнены методом временных разверток, позволившим установить оптимальное время экспозиции. Выбраны следующие условия измерений: глубина кратера электрода 7 мм; масса пробы 85 мг; соотношение ФЦК с графитом 9:1; время

экспозиции 40 с. Реализация оптимальных условий измерений относительно рекомендованных в ОИ, позволила увеличить сигналы аналитов от 2 до 4 раз, что приведет к снижению нижней границы определяемых содержаний контролируемых примесей и уменьшению продолжительности анализа.

ГАЗОВЫЙ СЕНСОР С ОТКЛИКОМ НА ХЛОРОВОДОРОД

Рыбаков И.И., Кустарёв Б.А.

Тверской государственный университет
170100, г. Тверь, ул. Желябова, д. 33

Определение концентрации хлороводорода в воздушной среде имеет важное значение в технологических и экологических аспектах. Существующие датчики на хлороводород не всегда удовлетворяют необходимым требованиям.

Целью настоящей работы являлось создание газового сенсора с откликом на хлороводород на основе полианилина. Известно, что полианилин в зависимости от степени допирования может изменять электрическое сопротивление, одним из допирующих агентов является анион хлора.

Полианилин легко допируется анионом хлора, поэтому в качестве аналитического сигнала мы решили использовать электросопротивление полианилиновой пленки под воздействием паров хлороводорода, к сожалению, полианилиновую пленку практически невозможно изготовить традиционными способами, то есть из раствора или реактива полианилина, поэтому датчик был изготовлен методом нанесения полианилина на диэлектрическую подложку с инкорпорированными платиновыми электродами в процессе электрохимического синтеза.

Для нанесения на платиновую подложку пленки полианилина мы использовали метод электрохимического синтеза в режиме циклической вольтамперометрии (ЦВА). Для этого циклирование потенциала осуществляли в интервале $-200 - +900$ мВ относительно хлорсеребряного электрода. Скорость сканирования – 50 мВ/с. Рабочий раствор при синтезе полианилина имел состав: анилин – 0,2 М, HCl – 1 М. Синтез прерывали через 6 циклов при условии надёжного замыкания пленкой полианилина платиновых электродов. Измерение электрического сопротивления изготовленного таким образом электродов проводили в герметичной термостатичной камере, снабжённой вентилятором для перемешивания газовой среды и устройством для ввода пробы.